



PATENT
3811-0141PUS1

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: Yi Yeol LYU et al. Conf.: 4754
Appl. No.: 10/808,374 Group: UNASSIGNED
Filed: March 25, 2004 Examiner: UNASSIGNED
For: COMPOSITION FOR FORMING DIELECTRIC FILM
AND METHOD FOR FORMING DIELECTRIC FILM
OR PATTERN USING THE COMPOSITION

L E T T E R

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

June 30, 2004

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
KOREA	10-2003-0075438	October 28, 2003

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 02-2448 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By 
James F. Eller, Jr., #39,538

JTE/JAK/te
3811-0141PUS1

P.O. Box 747
Falls Church, VA 22040-0747
(703) 205-8000

Attachment(s)

(Rev. 02/12/2004)



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

출원번호 : 10-2003-0075438
Application Number

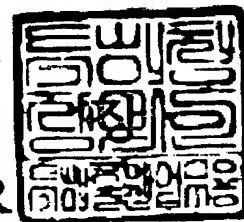
출원년월일 : 2003년 10월 28일
Date of Application OCT 28, 2003

출원인 : 삼성전자주식회사
Applicant(s) SAMSUNG ELECTRONICS CO., LTD.

2004년 04월 14일

특허청

COMMISSIONER



온라인발급문서(발급문일자:2004.04.14 발급번호:5-5-2004-006570813)

【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2003. 10. 28
【발명의 명칭】	절연막 형성용 조성물 및 이를 이용한 절연막 또는 절연막패턴의 형성방법
【발명의 영문명칭】	Composition for forming dielectric film and Method forforming dielectricfilm or pattern using the same
【출원인】	
【명칭】	삼성전자 주식회사
【출원인코드】	1-1998-104271-3
【대리인】	
【성명】	김 학 제
【대리인코드】	9-1998-000041-0
【포괄위임등록번호】	2000-033491-4
【대리인】	
【성명】	문 혜 정
【대리인코드】	9-1998-000192-1
【포괄위임등록번호】	2000-033492-1
【발명자】	
【성명의 국문표기】	류이열
【성명의 영문표기】	LYU, Yi Yeol
【주민등록번호】	660415-1143119
【우편번호】	305-728
【주소】	대전광역시 유성구 전민동 세종아파트 110-304
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	임진형
【성명의 영문표기】	YIM, Jin Heong
【주민등록번호】	671211-1122727
【우편번호】	305-728
【주소】	대전광역시 유성구 전민동 세종아파트 108동 106호
【국적】	KR

【발명자】

【성명의 국문표기】

선종백

【성명의 영문표기】

SEON, Jong Baek

【주민등록번호】

750306-1117118

【우편번호】

449-712

【주소】

경기도 용인시 기흥읍 삼성종합기술원 기숙사 A동 301호

【국적】

KR

【취지】

특허법 제42조의 규정에 의하여 위와 같이 출원합니다.대리인

김학제 (인)대리인

문혜정 (인)

【수수료】

【기본출원료】

20 면 29,000 원

【가산출원료】

14 면 14,000 원

【우선권주장료】

0 건 0 원

【심사청구료】

0 항 0 원

【합계】

43,000 원

【첨부서류】

1.요약서·명세서(도면)_1통

【요약서】

【요약】

본 발명은 히드록시기 또는 알콕시기를 가지는 실옥산계 수지 전구체에 상기 실옥산계 수지 전구체를 경화시킬 수 있는 축합 촉매 발생제, 그리고 기공형성물질을 함께 유기용매에 분산시켜 기판 위에 코팅한 후 방사선에 노광시켜 저온에서 축합 중합을 유발하도록 하여 유전 상수를 더욱 낮추고 박막물성이 개선된 저유전 절

연막에 관한 것이다. 또한 패턴화된 마스크를 씌우고 방사선 노광을 행하고, 비노광부를 현상액으로 제거함으로써 포토레지스트(photo resist)를 사용하지 않고 다공성 절연막의 네거티브 패턴을 형성하는 방법에 관한 것이다.

【대표도】

도 1

【색인어】

축합촉매발생제, 광산발생제, 광염기발생제, 패턴, 기공형성물질, 저유전 박막, 반도체용 층간 절연막

【명세서】

【발명의 명칭】

절연막 형성용 조성물 및 이를 이용한 절연막 또는 절연막 패턴의 형성방법 {Composition for forming dielectric film and Method for forming dielectric film or pattern using the same}

【도면의 간단한 설명】

도 1a 내지 1f는 본 발명의 실시예 3에서 제조된 절연막 패턴의 광학현미경 사진; 및

도 2a 내지 2f는 본 발명의 실시예 3에서 제조된 절연막 패턴의 전자주사 현미경 사진이다.

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

<3> 본 발명은 절연막 형성용 조성물 및 이를 이용한 절연막 또는 절연막 패턴의 형성방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 (i) 실옥산계 수지 전구체; (ii) 축합축매 발생제; (iii) 기공 형성 물질; 및 (iv) 상기 성분들을 녹이는 용매를 포함하는, 다공성 절연막을 형성하기 위한 조성물 및 이를 이용한 다공성 절연막 또는 그 패턴의 형성방법에 관한 것이다.

<4> 반도체 분야에서 집적도가 증가함에 따라 소자의 성능이 배선 속도에 좌우되므로 배선에서의 저항과 커패시터를 적게하기 위해서 층간 절연막의 축적용량을 낮춰야 하는데, 이를 위해

서 유전율이 낮은 물질을 층간 절연막으로 쓰기 위한 시도들이 이루어지고 있다. 예를 들어 미국특허 제3,615,272, 4,399,266, 및 4,999,397호에서는 기존의 CVD(Chemical Vapor Deposition)를 이용한 유전율 4.00의 SiO_2 대신에 SOD(Spin on Deposition)이 가능한 유전율 2.5~3.1 정도의 폴리실세스퀴옥산 (Polysilsesquioxane)들이 개시되어 있다. 또한 미국특허 제5,965,679호에서는 유전율이 2.65~2.70정도의 유기 고분자인 폴리페닐렌(Polyphenylene)이 개시되어 있다. 하지만 이들은 유전율 2.50 이하의 극 저유전율이 요구되는 고속의 소자를 만들기 위해서는 유전율이 충분히 낮지 못하다. 이를 위해서 이러한 유기, 무기 재료에 유전율이 1.0인 공기를 나노수준으로 삽입하기 위한 시도가 다양하게 진행되어 왔다. 하이드로젠 실세스퀴옥산(hydrogen silsesquioxane)에 기공을 형성할 수 있는 고비점 용제를 섞어서 암모니아로 처리하여 다공성 박막을 만드는 방법이 미국특허 제 6,231,989호에 제시되어 있고, 또한 미국특허 제 6,114,458호와 같이 박막을 형성하는 단계에서 분해될 수 있는 일정한 크기의 비닐(vinyl)계 고분자로 덴드리머(dendrimer) 형태의 포로젠(porogen)을 만들고, 이를 일정 함량으로 앞에서 예시한 유, 무기 매트릭스(matrix)에 혼합하여 박막을 만든 다음, 고온에서 포로젠을 분해시켜 나노 수준의 기공을 형성시킨 극저유전율의 물질을 만드는 방법이 미국특허 제 6,107,357, 및 6,093,636호에 예시되어 있다. 또한 최근에는 폴리알킬렌옥사이드(polyalkyleneoxide) 계열의 양친성 계면활성제(surfactant)를 포로젠으로 적용하여 다공성 저유전막을 제조하는 방법이 미국특허 제 6,204,202, 6,413,882, 6,423,770, 및 6,406,794호에 제시되어 있다. 하지만 이러한 방법에 의하는 경우, 생성되는 기공구조가 부분 또는 완전히 연결되어 있어 물성저하가 발생하고, 저유전 층간 절연막으로 반도체 공정에 사용되는 화학물질과 금속원자의 확산이 유발된다. 따라서, 생성되는 기공의 크기를 작게 하고, 기공의 연결성(interconnectivity)을 낮추는 것이 중요하다.

<5> 한편, 이러한 저유전 절연막을 디바이스로 응용하려면 미세패턴화가 필수적이다. 이러한 미세패턴을 위한 기존의 공정으로는 광 민감성 고분자계 수지인 포토레지스트(PR)를 이용한 포토 리소그래피(photo lithography)가 일반적인 기술이다. 또한 저유전막으로 응용이 가능한 다공성 실리카의 미세패턴을 위해서 소프트 리소그래피(soft lithography) [P.D. Yang et. Al., Science 282, 2244(1998), M. Trau et. al., Nature, 390, 674(1997)], 잉크젯 프린팅(inkjet printing) [H.Y. Fan et. al., Nature, 405, 56(2000), 미국특허 제6,471,761호(2002)] 방식 등이 제안되어 왔다. 그리고 D.A. Doshi 등은 하이드로카본 사슬(hydrocarbon chain)이 긴 광산발생제를 이용하여 이들이 기공을 형성하는 계면활성제 역할과, UV에 반응하는 산 촉매작용을 동시에 수행하여 다공성 실리카 박막의 패턴을 형성하는 방법을 제안한 바 있다. [D.A. Doshi et. al., Science, 290, 107(2000), US2002-0127498 공개특허(2002)] 하지만 이들의 방식은 코팅용액 제조시에 테오스(TEOS)계의 모노머를 매트릭스 전구체로 이용하고, 물과 산촉매 존재하의 졸-겔(sol-gel) 반응부터 시작함으로써 인해서 상업적으로 적용하기 위해서는 재현성이나, 저장안정성이 매우 불량할 것으로 생각된다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<6> 본 발명은 상기와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로, 절연막 형성용 조성물에 축합촉매 발생제를 첨가시켜, 노광후 저온에서 축합 중합을 유발시켜 유전상수를 더욱 낮추고 박막 물성이 개선된 절연막을 제공하는 것을 목적으로 한다.

<7> 본 발명의 다른 목적은 축합촉매 발생제가 첨가된 절연막 형성용 조성물을 사용하여 절연막 형성시, 마스크를 통하여 노광한 후, 현상하는 공정을 거침으로서, 포토레지스트를 통하지 않고도 절연막의 네거티브 패턴을 형성하는 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

- <8> 즉, 본 발명은 (i) 실옥산계 수지 전구체; (ii) 축합축매 발생제; (iii) 기공형성 물질; 및 (iv) 상기 성분들을 녹이는 용매를 포함하는, 다공성 절연막을 형성하기 위한 조성물에 관한 것이다.
- <9> 본 발명의 다른 측면은 (1) 상기 조성물을 기판에 코팅하여 박막을 형성하는 단계; (2) 상기 박막을 노광한 후 50~150℃에서 저온경화하는 단계; 및 (3) 기공형성 물질의 분해온도 이상으로 가열하여 경화시키는 단계를 포함하는 다공성 저유전 절연막의 제조 방법에 관한 것이다.
- <10> 본 발명의 또 다른 측면은 (1) 상기 조성물을 기판에 코팅하여 박막을 형성하는 단계; (2) 상기 박막을 패턴화된 마스크를 통하여 노광한 다음, 50~150℃에서 저온경화하는 단계; (3) 비노광부를 현상액으로 제거하여 네거티브 패턴을 형성하는 단계; 및 (4) 기공형성 물질의 분해온도 이상으로 가열하여 경화시키는 단계를 포함하는 다공성 저유전 절연막 패턴의 제조 방법에 대한 것이다.

【발명의 구성】

- <11> 이하에서 본 발명을 보다 상세하게 설명한다.
- <12> 본 발명의 절연막 형성용 조성물은 히드록시기 또는 알콕시기를 가지는 실옥산계 수지 전구체와 함께, 노광시 실옥산계 수지 전구체를 경화시킬 수 있는 산 또는 염기축매를 발생시키는 축합축매 발생제 및 기공형성물질을 유기용매에 분산시켜 제조된다. 이를 이용하여 기판 위에 박막을 형성하고 노광한 다음, 저온에서 축합 중합을 유발하도록 하여 유전상수를 더욱 낮추고 박막물성이 개선된 다공성 저유전 절연막을 제공할 수 있다. 또한 노광시에 패턴화된

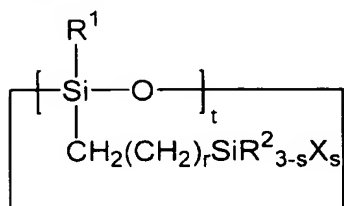
마스크를 사용하여 노광을 행하고, 비노광부를 현상하는 경우 포토 레지스트(photo resist)를 사용하지 않고도 다공성 절연막의 네거티브 패턴을 형성할 수 있다.

<13> 본 발명의 조성물에 포함되는 유기 실옥산계 수지 전구체는 실리콘 (silicon), 탄소 (carbon), 산소(oxygen), 수소(Hydrogen)로 구성되어 있는 (1) 유기 실세스퀴옥산 (organo silsesquioxane), (2) 환형(cyclic) 또는 케이지(cage)형 실옥산 모노머(siloxane monomer)와 $\text{Si}(\text{OR})_4$, $\text{RSi}(\text{OR})_3$ 또는 $\text{R}_2\text{Si}(\text{OR})_2$ (R은 유기기)의 실란(silane)계 모노머의 단독, 또는 2 종 이상을 수평균 분자량 1000~1,000,000 정도로 부분적으로 축합시킨 실옥산계 고분자(siloxane based polymer) 등이 있다.

<14> 상기 유기 실세스퀴옥산(silsesquioxane)으로는 구체적으로 수소 실세스퀴옥산(hydrogen silsesquioxane), 알킬 실세스퀴옥산(alkyl silsesquioxane), 아릴 실세스퀴옥산(aryl silsesquioxane), 상기 실세스퀴옥산의 공중합체 등을 들 수 있다.

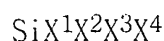
<15> 본 발명에서 보다 바람직하게는 유기 실록산계 수지 전구체로서 하기 화학식 1로 표시되는 환형 실옥산 모노머 및 화학식 2 내지 4로 표시되는 실란계 모노머로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 모노머를 산 또는 염기 촉매 하에서 가수분해 및 축중합하여 만든, Si-OH함량이 10 몰% 이상, 바람직하게는 25 몰% 이상인, 용해도가 우수한 유기 실옥산(organic polysiloxane)계 수지를 사용한다.

<16> 【화학식 1】

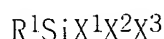


<17> 상기 식에서 R^1 , R^2 는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~3의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, X는 할로젠 원자 또는 탄소수 1~5의 알콕시기이며, r은 0~10의 정수이고, s는 1~3의 정수이며, t는 3~8의 정수이다.

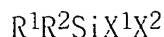
<18> 【화학식 2】



<19> 【화학식 3】



<20> 【화학식 4】



<21> 상기 식에서 R^1 , R^2 는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~3의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, X^1 , X^2 , X^3 및 X^4 는 각각 독립적으로 할로젠 원자 또는 탄소수 1~5의 알콕시기이다.

<22> 상기 실록산계 수지를 제조하기 위한 축합 반응에 사용되는 산 촉매는 특별히 제한된 것은 아니나, 바람직하게는 염산(hydrochloric acid), 질산(nitric acid), 벤젠 술폰산(benzene sulfonic acid), 옥살산(oxalic acid), 또는 포름산(formic acid)을 사용한다. 또한, 염기촉매로는 특별히 제한되는 것은 아니나, 바람직하게는 수산화칼륨(potassium hydroxide), 수산화나트륨(sodium hydroxide), 트리에틸아민(triethylamine), 탄산수소나트륨(sodium bicarbonate), 또는 피리딘(pyridine)을 사용한다.

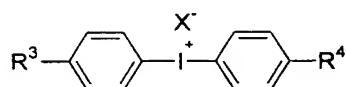
<23> 가수분해반응 및 축합반응 중에 사용되는 물의 양은 모노머에 있는 반응성기에 대한 당량으로 1.0~100.0의 범위내에서, 바람직하게는 1.0~10.0의 범위 내에서 사용하고, 반응 온도는

0~200℃, 바람직하게는 50~110℃의 범위가 적당하다. 반응시간은 1시간~100시간이 적당하며, 더욱 바람직하게는 5~24시간이 좋다.

<24> 본 발명의 조성물에 포함되는 축합축매 발생제는 구체적으로 노광 또는 열에 의해 산 또는 염기를 발생시키는 광산발생제 또는 광염기발생제를 말한다.

<25> 본 발명에서 사용가능한 광산발생제(photoacid generator)의 구체적인 예로는 하기 화학식 5 내지 7로 표시되는 물질을 들 수 있다.

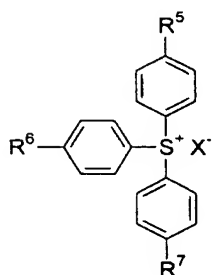
<26> 【화학식 5】



<27> 상기 식에서 R³, R⁴는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, X는 술포네이트(sulfonate) 유도체이다.

<28> 상기 화학식 5의 구체적인 예로써는 디페닐이오도늄 트리플로로메탄 술포네이트(diphenyliodonium trifluoromethane sulfonate), 디페닐이오도늄 노나플로로메탄 술포네이트(diphenyliodonium nonafluoromethane sulfonate), 디-4-터셔리부틸벤젠 이오도늄 트리플로로메탄 술포네이트(di-(4-*t*-butylbenzene)iodonium trifluoromethane sulfonate) 등이 있다.

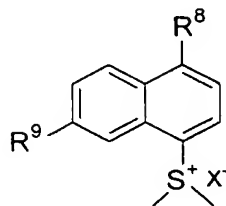
<29> 【화학식 6】



<30> 상기 식에서 R^5 , R^6 , R^7 는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, X는 술포네이트 (sulfonate) 유도체이다.

<31> 상기 화학식 6의 구체적인 예로써는 트리페닐술포니움 트리플로로메탄 술포네이트(triphenylsulfonium trifluoromethane sulfonate), 트리페닐술포니움 노나플로로메탄 술포네이트(triphenylsulfonium nonafluoromethane sulfonate), 디페닐-4-메틸페닐 술포니움 트리플로로메탄 술포네이트(diphenyl 4-methylphenylsulfonium trifluoromethane sulfonate), 트리페닐술포니움 파라톨루엔 술포네이트(triphenylsulfonium *p*-toluene sulfonate), 트리페닐술포니움 10-캄포 술포네이트(triphenylsulfonium 10-camphor sulfonate) 등이 있다.

<32> 【화학식 7】



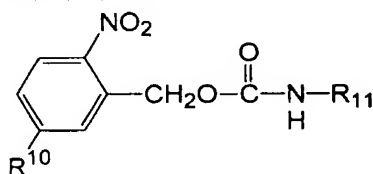
<33> 상기 식에서 R^8 , R^9 는 각각 독립적으로 수소원자, 히드록시기, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, X는 술포네이트 유도체이다.

<34> 상기 화학식 7의 구체적인 예로써는 디메틸(4-나프톨) 술포니움 트리플로로메탄 술포네이트(dimethyl(4-naphthol)sulfonium trifluoromethane sulfonate), 디메틸(4-나프톨) 술포니움 파라톨루엔 술포네이트(dimethyl(4-naphthol)sulfonium *p*-toluene sulfonate), 디메틸(4,7-디히드록시나프탈렌) 술포니움 트리플로로메탄 술포네이트(dimethyl(4,7-dihydroxy-naphthalene)sulfonium trifluoromethane sulfonate), 디메틸(4,7-디히드록시나프탈렌) 술포니움 10-캄포 술포네이트(dimethyl(4,7-dihydroxy-naphthalene)sulfonium 10-camphor sulfonate), 디메틸(4,7-디히드록

시나프탈렌) 술포니움 파라 톨루엔 술포네이트(dimethyl(4,7-dihydroxy-naphthalene)sulfonium *p*-toluene sulfonate), 디메틸(4,7-디히드록시나프탈렌) 술포니움 노나플로로메탄 술포네이트(dimethyl(4,7-dihydroxy-naphthalene)sulfonium nonafluoromethane sulfonate), 디메틸(4,7-디히드록시나프탈렌) 술포니움 3-피리딘 술포네이트(dimethyl(4,7-dihydroxy-naphthalene)sulfonium 3-pyridine sulfonate) 등이 있다.

<35> 본 발명에서 사용가능한 광염기 발생제(Photobase generator)의 구체적인 예로는 하기 화학식 8로 표시되는 물질을 예로 들 수 있다.

<36> 【화학식 8】



<37> 상기 식에서 R^{10} 는 수소원자, 히드록시기, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, R^{11} 는 시클로헥실기, 나프틸기, 아다만틸기(adamantyl group), 니트로페닐기(nitrophenyl group), 또는 메톡시페닐기(methoxy phenyl group)이다.

<38> 상기 화학식 8의 구체적인 예로서는 2-니트로벤질옥시카보닐 시클로헥실 아민(N-((2-nitrobenzyl)oxycarbonyl} cyclohexyl amine), 2-니트로벤질옥시카보닐 1-나프틸 아민(N-((2-nitrobenzyl)oxycarbonyl} 1-naphthyl amine), 2-니트로벤질옥시카보닐 1-아다만틸 아민(N-((2-nitrobenzyl)oxycarbonyl} 1-adamantyl amine), 2-니트로벤질옥시카보닐 3-니트로 아닐린(N-((2-nitrobenzyl)oxycarbonyl} 3-nitroaniline), 2-니트로벤질옥시카보닐 4-메톡시 아닐린(N-((2-nitrobenzyl)oxycarbonyl} 4-methoxyaniline), 5-메틸-2-니트로벤질옥시카보닐 시클로헥실 아민(N-((5-methyl-2-nitrobenzyl)oxycarbonyl} cyclohexyl amine), 5-메틸-2-니트로

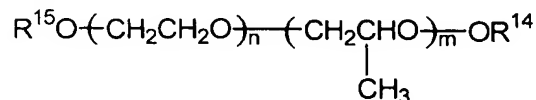
벤질옥시카보닐 1-나프틸 아민(N-((5-methyl-2-nitrobenzyl)oxycarbonyl} 1-naphthyl amine), 5-메틸-2-니트로벤질옥시카보닐 1-아다만틸 아민(N-((5-methyl-2-nitrobenzyl)oxycarbonyl} 1-adamantyl amine), 5-메틸-2-니트로벤질옥시카보닐 3-니트로 아닐린(N-((5-methyl-2-nitrobenzyl)oxycarbonyl} 3-nitroaniline), 5-메틸-2-니트로벤질옥시카보닐 4-메톡시 아닐린(N-((5-methyl-2-nitrobenzyl)oxycarbonyl} 4-methoxyaniline) 등을 들 수 있다.

<39> 본 발명의 조성물에 포함되는 기공형성물질은 기공형성물질로 사용가능한 것으로 종래 알려진 모든 물질을 사용가능하나, 대표적으로는 하기 화학식 9로 표시되는 폴리에틸렌옥사이드(polyethylene oxide), 화학식 10로 표시되는 폴리에틸렌옥사이드-폴리프로필렌옥사이드 블록 공중합체(polyethylene oxide-propylene oxide block copolymer), 화학식 11로 표시되는 폴리에틸렌옥사이드-폴리프로필렌옥사이드-폴리에틸렌옥사이드 삼원블록 공중합체(polyethylene oxide-propylene oxide-polyethylene oxide triblock copolymer), 화학식 12로 표시되는 사이클로덱스트린(cyclodextrin) 유도체, 화학식 13으로 표시되는 폴리카프로락톤 덴드리머(polycarprolactone dendrimer) 등을 예로 들 수 있다.

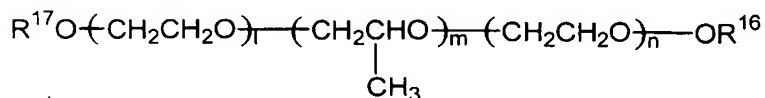
<40> 【화학식 9】



<41> 【화학식 10】

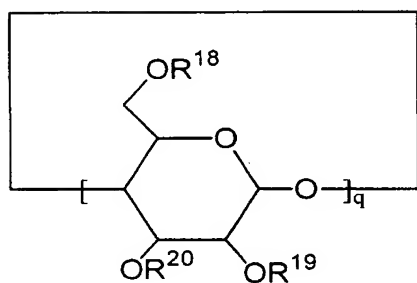


<42> 【화학식 11】



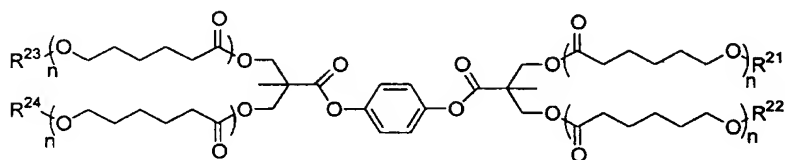
<43> 상기 식에서 R^{12} , R^{13} , R^{14} , R^{15} , R^{16} , R^{17} 은 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 2~30의 아실기, 탄소수 1~20의 알킬기, 또는 $Si^{r^1}r^2r^3$ 로 표시되는 규소(Si)화합물로서, r^1 , r^2 , r^3 는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 1~6의 알콕시기, 또는 탄소수 6~20의 아릴기이고, l 은 2~200의 정수이며, m 은 20~80의 정수이고, n 은 2~200의 정수이다.

<44> 【화학식 12】



<45> 상기 식에서 R^{18} , R^{19} , R^{20} 은 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 2~30의 아실기, 탄소수 1~20의 알킬기, 또는 $Si^{r^1}r^2r^3$ 로 표시되는 규소(Si)화합물로서, r^1 , r^2 , r^3 는 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 1~6의 알콕시기, 또는 탄소수 6~20의 아릴기이고, q 는 5~8의 정수이다

<46> 【화학식 13】



<47> 상기 식에서 R^{21} , R^{22} , R^{23} , R^{24} 은 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 2~30의 아실기, 탄소수 1~20의 알킬기, 또는 $Si^{r^1}r^2r^3$ 로 표시되는 규소(Si)화합물로서, r^1 , r^2 , r^3 는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 1~6의 알콕시기, 또는 탄소수 6~20의 아릴기이고, n 은 2~200의 정수이다.

<48> 본 발명의 조성물은 상기에 열거한 실옥산계 수지 전구체와 축합촉매 발생제 및 기공형성물질을 적당한 용매에 녹여 형성된다. 상기 용매로는 특별히 제한된 것은 아니나, 아니솔(anisole), 크실렌(xylene), 메시칠렌(mesitylene)을 포함하는 방향족계 탄화수소; 메틸이소부틸케톤(methyl isobutyl ketone), 아세톤(acetone)을 포함하는 케톤계 용매; 테트라히드로퓨란(tetrahydrofuran), 이소프로필에테르(isopropyl ether)를 포함하는 에테르계 용매; 프로필렌 글리콜 모노 메틸 에테르 아세테이트(propylene glycol mono methyl ether acetate)를 포함하는 아세테이트계 용매; 이소프로필 알코올(isopropyl alcohol), 부틸알코올(butyl alcohol) 등의 알코올계 용매; 디메틸아세트아미드(dimethylacetamide), 디메틸포름아미드(dimethylformamide)를 포함하는 아미드계 용매; 감마부틸로락톤(γ -butyrolactone); 실리콘 용매; 또는 이들의 혼합물을 사용할 수 있다.

<49> 용매는 실옥산계 전구체를 기판에 도포하기 위해 요구되는 농도까지 충분한 양이 존재하여야 하는데, 바람직하게는 총 조성물(실옥산계 수지 전구체의 중량 + 축합촉매 발생제의 중량 + 기공형성물질의 중량 + 용매의 중량) 100 중량부 대비 20 내지 99.9 중량부, 보다 바람직하게는 50 내지 95 중량부의 범위이다.

<50> 한편 축합촉매 발생제의 함량은 바람직하게는 총 고형분(실옥산계 수지 전구체의 중량 + 축합촉매 발생제의 중량 + 기공형성물질의 중량) 100 중량부 대비 0.1 내지 20 중량부, 보다 바람직하게는 1 내지 10 중량부의 범위이다. 기공형성물질의 함량은 바람직하게는 총 고형분(실옥산계 수지 전구체의 중량 + 축합촉매 발생제의 중량 + 기공형성물질의 중량) 100 중량부 대비 0.1 내지 95 중량부, 보다 바람직하게는 10 내지 70 중량부의 범위이다.

<51> 본 발명에서는 또한 상기 조성물을 사용하여 다공성 저유전 절연막을 형성하는 방법을 제공한다. 상기 절연막은 반도체 기판 위에 형성되어 반도체용 층간 절연막으로 이용된다. 먼

저 기판에 상기 조성물을 스핀코팅(spin coating), 딥코팅(dip coating), 분무 코팅(spray coating), 흐름코팅(flow coating), 스크린 인쇄(screen printing) 등을 통하여 도포한다. 보다 바람직하게는 1000~5000rpm의 속도로 스핀 코팅한다.

<52> 다음으로, X-선(X-ray), 이온빔(ion beam), 전자빔(electron beam) 등을 이용하여 노광하여 축합축매 발생제에서 축합축매가 발생되도록 한 후에, 실옥산계 수지 전구체의 Si-OH 기들간의 축합중합을 유도하도록 50~150℃에서 저온경화를 진행시켜 용매에 녹아나가지 않는 불용성 박막을 형성할 수 있다.

<53> 한편 절연막 패턴을 형성하고자 하는 경우에는 마스크를 통하여 노광을 행한 후, 현상하는 공정을 거쳐 절연막 패턴을 형성한다. 이때 현상액으로는, 특별히 제한되는 것은 아니나 본 발명의 조성물 제조시 사용가능한 것으로 서술된 용매를 사용할 수 있다.

<54> 상기와 같이 형성된 코팅막을 기공형성물질이 열분해되는 온도, 바람직하게는 150 내지 600℃, 보다 바람직하게는 200 내지 450℃의 온도로 가열함으로써 기공형성 물질이 완전히 분해되어 나노 기공이 포함된 균열이 없는 박막을 형성시킬 수 있다. 상기에서 균열이 없는 박막이란 1000배율의 광학현미경으로 관찰할 때, 육안으로 볼 수 있는 임의의 균열이 관찰되지 않는 박막을 뜻하며, 불용성 박막이란 실옥산계 수지를 침착시켜 막을 형성시키는 용매 또는 수지를 도포시키기에 유용한 것으로 기술된 용매에 본질적으로 용해되지 않는 박막을 말한다. 코팅막을 가열할 때의 분위기는 불활성기체(질소, 아르곤) 분위기, 또는 진공분위기에서 시행될 수도 있다. 이때 경화시간은 10시간까지 시행할 수 있으며, 바람직하게는 30분에서 1시간이 적당하다.

<55> 상기에서 제조된 절연막은 총 고형분 100 중량부 대비 약 30 중량부 정도의 기공형성물질을 사용하는 경우에는 150℃ 미만에서의 저온경화공정을 하지 않은 것에 비해 유전율이

낮고, 박막의 기계적 물성이 개선할 수 있어 반도체용 절연막으로 적용하기에 매우 유용하다. 또한, 상기 조성물이 도포된 박막에 마스크를 씌우고 방사선을 조사하여 일부 표면에서만 축합 축매를 발생시킨 이후에 적절한 용제로 현상하게 되면, 패턴화된 실옥산계 수지 절연막을 얻을 수 있다.

<56> 이하 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세하게 설명하고자 하나, 하기의 실시예는 설명의 목적을 위한 것으로 본 발명을 제한하기 위한 것이 아니다.

<57> 실시

예 1 - 실옥산 모노머 합성

<58> 2,4,6,8-테트라메틸-2,4,6,8-테트라비닐시클로테트라실옥산

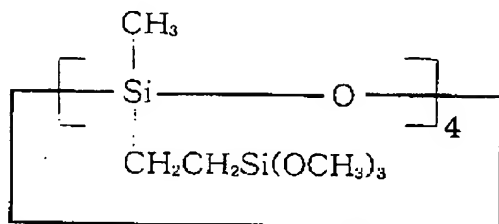
(2,4,6,8-tetramethyl-2,4,6,8-tetravinylcyclotetrasiloxane) 29.014mmol(10.0g)과 크실렌 용액에 녹아있는 플레티늄(0)-1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산 화합물

[platinum(0)-1,3-divinyl-1,1,3,3-tetramethyldisiloxane complex(solution in xylenes))

0.164g을 플라스크에 무게를 재어 넣은 후, 디에틸 에테르 300ml를 넣어 희석시켰다. 이후 반응 용기를 -78℃로 낮춘 후, 트리클로로실란 127.66mmol (17.29g)을 서서히 가한 다음, 반응온도를 서서히 상온까지 온도를 올렸다. 이후 상온에서 20시간 반응을 진행시킨 후, 0.1torr 정도의 감압하에서 휘발성 물질을 제거하고, 펜탄 100ml을 가한 다음, 1시간 교반후 셀라이트(celite)를 통해 필터링하여, 무색의 맑은 용액을 얻었다. 다시 0.1torr 정도의 감압하에서 펜탄을 제거하여, 무색의 액체형태의 화합물 $[-Si(CH_3)(CH_2CH_2SiCl_3)O-]_4$ 을 95%의 수율로 얻었다. 이 화합물 11.28mmol(10.0g)을 테트라히드로퓨란 500ml로 희석시키고, 트리에틸아민(triethylamine) 136.71mmol(13.83g)을 넣었다. 이후 반응용기를 -78℃로 낮춘 후, 메틸알콜 136.71mmol(4.38g)을 서서히 가하고, 반응온도를 서서히 상온까지 온도를 올렸다. 이후 상온에

서 15시간 반응을 진행시킨 후, 셀라이트(celite)를 통해 필터링하고, 0.1torr 정도의 감압하에서 휘발성 물질을 제거하였다. 여기에 펜탄 100ml을 가하고, 1시간 교반 후 셀라이트(celite)를 통해 필터링하여 얻은 무색의 맑은 용액을 0.1torr 정도의 감압하에서 펜탄를 제거하여, 무색의 액체형태의 화합물인 하기 화학식 14의 모노머 A를 94%의 수율로 얻었다.

<59> 【화학식 14】



<60> 실시예 2 - 실옥산계 수지 전구체 중합 (모노머 A와 메틸트리메톡시실란의 공중합체)

<61> 메틸트리메톡시실란(methyltrimethoxysilane) 37.86mmol(5.158g)과 모노머 A

3.79mmol(3.162g)를 플라스크에 무게를 재어 넣은 후, 테트라히드로푸란 100ml로 희석시키고, -78℃에서 물과 진한 염산(염화수소 35%함유)을 100ml:0.12ml의 비율로 희석한 염산용액 중 염화수소의 농도가 0.0159mmol 함유되어 있는 용액을 서서히 가한 후, 위에서 첨가한 희석한 염산 용액 중 포함되어 있는 물량을 합쳐 총 529.67mmol(9.534g)의 물을 서서히 가하였다. 이후 반응온도를 서서히 70℃까지 올려 반응을 16시간 진행시켰다. 다음 반응용액을 분별깔대기에 옮긴 후, 디에틸에테르 100ml를 넣고, 물 100ml로 5회 씻어준 다음, 이 용액에 황산나트륨(무수) 5g을

넣고 상온에서 10시간동안 교반하여 용액에 포함되어 있는 미량의 물을 제거한 후, 필터링하여 얻은 무색의 맑은 용액을 0.1torr 정도의 감압하에서 휘발성 물질을 제거하여, 흰색 분말형태의 전구체 B 5.5g을 얻었다. 상기에서 합성된 실옥산계 수지 전구체의 분자량 및 분자량분포를 겔 퍼미에이션 크로마토그래피(gel permeation chromatography, Waters사)로 분석하였을 때, 중량평균 분자량(Mw)은 4194, 분자량 분포(MWD)는 2.50이었다. 실옥산계 수지 말단기의 Si-OH(%) 함량을 핵자기공명분석기(NMR, Bruker사)로 분석한 결과, Si-OH(%), Si-OCH₃, Si-CH₃ 함량은 각각 28.9%, 0.7%, 70.4%였다.

<62> 실시예 3 - 패터화된 다공성 박막의 제조

<63> 실시예 2에서 제조한 실옥산계 수지 전구체 0.6g과 기공형성물질인 헵타키스 (2,3,6-트리-O-메틸) 베타-사이클로덱스트린(heptakis(2,3,6-tri-O-methyl)- β -cyclodextrin) 0.257g, 그리고 광산발생제인 트리페닐술포니움 트리플로로메탄 술포네이트(triphenylsulfonium trifluoro methane sulfonate) 0.03g을 1.5g의 프로필렌 글라이콜 메틸 에테르 아세테이트(propylene glycol methyl ether acetate)에 완전히 녹인 코팅액을 제조하였다. 이를 사용하여 보론(boron)으로 도핑(doping)된 P-타입의 실리콘 웨이퍼(silicon wafer)위에 3000rpm 속도로 스핀 코팅(spin-coating)하였다. 그 다음 UV 노광기(파장 256nm)에 패턴마스크를 씌우고 900초간 노광한 뒤에 기판을 핫플레이트(hot plate)위에서 120℃ 3분 가열한 뒤에 현상액으로 프로필렌 글라이콜 메틸 에테르 아세테이트(propylene glycol methyl ether acetate) 용매에 1분간 담구어 현상하고, 에탄올 용제로 씻고 건조하였다. 도 1a 내지 1f는 이와 같이 제조된 절연막 패턴의 광학현미경 사진을 나타내고, 도 2a 내지 2f는 이와 같이 제조된 절연막 패턴의 전자주사 현미경 사진을 나타낸다.

<64> 실시예 4 - 박막의 유전율, 박막 물성 측정

<65> 실시예 2에서 제조한 실옥산계 수지 전구체 0.6g과 기공형성물질인

헵타키스(2,3,6-트리-O-메틸) 베타-사이클로덱스트린(heptakis(2,3,6-tri-O-methyl)- β

-cyclodextrin) 0.257g, 그리고 표 1에 나타난 바와 같은 여러 가지 광산 또는 광염기 발생제

를 표 1에 표시된 함량이 되도록 사용하여, 이를 1.5g의 프로필렌 글라이콜 메틸 에테르 아세

테이트(propylene glycol methyl ether acetate)에 완전히 녹인 코팅액을 제조하였다. 이를 사

용하여 보론(boron)으로 도핑(doping)된 P-타입의 실리콘 웨이퍼(silicon wafer)위에 3000rpm

속도로 스핀 코팅(spin coating)을 하였다. 그 다음 UV 노광기(파장 256nm)에 패턴마스크를 씌

우고 900 초간 노광한 뒤에 기판을 핫플레이트(hot plate)위에서 120℃ 3분 가열한 뒤에 150℃

1분, 250℃ 1분으로 순차적으로 소프트 베이킹(soft baking)을 실시하여, 유기용제를 충분히

제거하였다. 상기에서 제조된 기판을 린버그 로(Linberg furnace)안에서 420℃, 진공 분위기하

에서 60분간 경화시킨 후, 나노인덴터(nanoindenter; MTS사)를 사용하여 저유전막의 박막 탄

성계수(Modulus)와 경도(Hardness)를 측정하여 이를 표 1에 나타내었다. 이때 9 포인트를 측정

한 후, 평균한 값을 취하였다.

<66> 한편 다공성 박막의 유전율을 측정하기 위하여 보론(boron)으로 도핑(doping)된 P-타입

의 실리콘 웨이퍼(silicon wafer)위에 실리콘 열산화막을 3000Å을 도포한 다음에 메탈 이베포

레이터(Metal evaporator)로 티타늄(titanium) 100Å, 알루미늄(Aluminum) 박막 2000Å을 증착

한 다음 상기와 같은 방법으로 저유전 박막을 코팅하였다. 이후에 전극지름이 1mm로 설계된 하

드마스크(hard mask)를 이용하여 1mm지름을 가지는 원형의 알루미늄(Aluminum) 박막 2000Å을

증착하여 MIM(Metal-insulator-metal)구조의 유전율 측정용 저유전 박막을 완성하였다. 이러한

박막을 Probe station(Micromanipulator 6200 probe station)이 장착된 PRECISION LCR METER(HP4284A)를 이용하여 약 100 kHz의 주파수에서 정전용량 Capacitance)을 측정하였다. 유전율을 계산하기 위해서 박막의 두께를 프리즘커플러로 측정하여 다음과 같은 계산식으로 유전율을 계산하였다.

$$<67> \quad k = C \times d / \varepsilon_0 \times A$$

<68> k : 유전율 (dielectric ratio)

<69> C : 정전용량 (Capacitance)

<70> d : 저유전 박막의 두께

<71> ε_0 : 진공의 유전 상수

<72> A : 전극의 접촉 단면적

<73> 【표 1】

실시예	축합축매 발생제	축매 발생제의 함량(wt%)	유전율 (k)	경도 (GPa)	탄성계수 (GPa)
실시예 4-1	TPS-TFMS ⁽¹⁾	1	2.14	3.94	0.68
실시예 4-2	TPS-TFMS	5	2.12	3.97	0.69
실시예 4-3	TPS-TFMS	10	2.05	3.93	0.68
실시예 4-4	TPS-TFMS	5	1.91	3.51	0.57
실시예 4-5	TPS-PTS ⁽²⁾	5	2.18	3.53	0.62
실시예 4-6	TPS-CS ⁽³⁾	5	2.13	3.51	0.64
실시예 4-7	NBOC-CHA ⁽⁵⁾	5	2.12	3.66	0.65
비교예	-	-	2.20	3.38	0.56

<74> (1) TPS-TFMS : triphenylsulfonium trifluoromethane sulfonate

<75> (2) TPS-PTS : triphenylsulfonium *p*-toluene sulfonate

<76> (3) TPS-CS : triphenylsulfonium 10-camphor sulfonate

<77> (4) DIP-TFMS : diphenyl iodonium trifluoromethane sulfonate

<78> (5) NBOC-CHA : (2-nitrobenzyl)oxycarbonyl cyclohexylamine

<79> 실시예 5 - 제조된 다공성 박막의 기공크기 및 기공분포측정

<80> 하기 표 2에 표시된 함량으로 상기 실시예 4에서 실시된 동일한 방법으로 다공성 박막을 제조하고, Ellipsometry Porosimeter [EP10, XPEQT社]를 가지고 톨루엔 흡착분석을 수행하여 그 결과를 표 2에 나타내었다.

<81> 【표 2】

실시예	축합축매 발생제	축매 발생제의 함량 (g)	기공형성물질 (g)	평균기공크기 (Å)
실시예 5-1	TPS-TFMS	0.03	0.257	18
실시예 5-2	TPS-PTS	0.03	0.257	16
실시예 5-3	TPS-CS	0.03	0.257	16
비교예	-	-	0.257	24

<82> 표 2에서 나타낸 바와 같이 축매발생제를 넣고 제조된 박막의 평균기공크기는 그렇지 않은 경우 보다 작은 기공을 가지고 있었다.

【발명의 효과】

<83> 본 발명에 의해 유전상수를 더욱 낮추고 박막물성이 개선된 저유전 절연막을 제공할 수 있다. 또한 패턴화된 마스크를 씌우고 방사선 노광을 행하고, 비노광부를 현상액으로 제거함으

출력 일자: 2004/4/14

로써 포토 레지스트 (photo resist)를 사용하지 않고 용이하게 다공성 절연막의 네거티브 패턴을 형성하는 방법을 제공할 수 있다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

- (i) 실옥산계 수지 전구체;
- (ii) 축합촉매 발생제;
- (iii) 기공형성 물질; 및
- (iv) 상기 성분들을 녹이는 용매를 포함하는, 다공성 절연막을 형성하기 위한 조성물.

【청구항 2】

제 1항에 있어서, 상기 축합촉매 발생제의 함량이 총 고형분(실옥산계 수지 전구체의 중량 + 축합촉매 발생제의 중량 + 기공형성물질의 중량) 100 중량부 대비 0.1~20 중량부인 것을 특징으로 하는 조성물

【청구항 3】

제 1항에 있어서, 상기 기공형성물질의 함량이 총 고형분(실옥산계 수지 전구체의 중량 + 축합촉매 발생제의 중량 + 기공형성물질의 중량) 100 중량부 대비 0.1~95 중량부인 것을 특징으로 하는 조성물

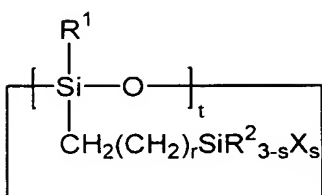
【청구항 4】

제 1항에 있어서, 상기 실옥산계 수지 전구체가 수소실세스퀴옥산(hydrogen silsesquioxane), 알킬실세스퀴옥산(alkyl silsesquioxane), 아릴실세스퀴옥산(aryl silsesquioxane) 또는 이들의 공중합체인 것을 특징으로 하는 조성물.

【청구항 5】

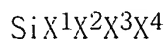
제 1항에 있어서, 상기 실옥산계 수지 전구체가 하기 화학식 1 내지 4으로 표시되는 화합물로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 모노머를 유기용매 내에서 산 또는 염기 촉매와 물을 이용하여 가수분해 및 축합 반응시켜 제조한 실옥산계 수지인 것을 특징으로 하는 조성물.

[화학식 1]

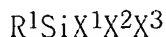


상기 식에서 R¹, R²는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~3의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, X는 할로젠 원자 또는 탄소수 1~5의 알콕시기이며, r은 0~10의 정수이고, s는 1~3의 정수이며, t는 3~8의 정수이다.

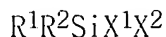
[화학식 2]



[화학식 3]



[화학식 4]



상기 식에서 R¹, R²는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~3의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, X¹, X², X³ 및 X⁴는 각각 독립적으로 할로젠 원자 또는 탄소수 1~5의 알콕시기이다.

【청구항 6】

제 5항에 있어서, 상기 산촉매는 염산, 질산, 벤젠 술폰산, 옥살릭산, 또는 포름산이고, 상기 염기 촉매는 수산화칼륨, 수산화나트륨, 트리에틸아민, 탄산수소나트륨, 또는 피리딘인 것을 특징으로 하는 조성물.

【청구항 7】

제 5항에 있어서, 상기 가수분해 반응 및 축합 반응 중에 사용되는 물은 모노머의 반응 성기에 대한 당량으로 1.0~100.0의 범위에서 사용되고, 상기 가수분해 반응 및 축합반응의 온도는 0~200℃이며, 반응 시간은 1~100시간인 것을 특징으로 하는 조성물.

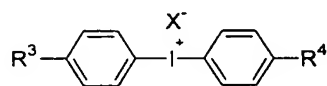
【청구항 8】

제 1항에 있어서, 상기 축합촉매 발생제는 노광 또는 열에 의해 산 또는 염기를 발생시키는 광산발생제 또는 광염기발생제인 것을 특징으로 하는 조성물

【청구항 9】

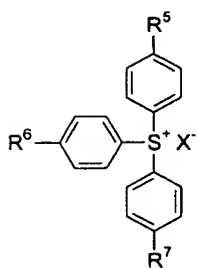
제 8항에 있어서, 상기 광산 발생제는 하기 화학식 5 내지 7으로 표시되는 화합물로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 화합물인 것을 특징으로 하는 조성물

[화학식 5]



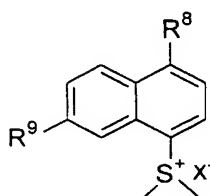
상기 식에서 R³, R⁴는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, X는 술포네이트 (sulfonate) 유도체이다.

[화학식 6]



상기 식에서 R^5 , R^6 , R^7 는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, X 는 술포네이트 (sulfonate) 유도체이다.

[화학식 7]

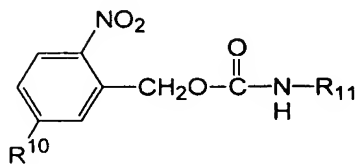


상기 식에서 R^8 , R^9 는 각각 독립적으로 수소원자, 히드록시기, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, X 는 술포네이트 유도체이다.

【청구항 10】

제 8항에 있어서, 상기 광염기 발생제는 하기 화학식 8로 표시되는 화합물로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 화합물을 사용하는 것을 특징으로 하는 조성물.

[화학식 8]



상기 식에서 R^{10} 는 수소원자, 히드록시기, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 3~10의 시클로알킬기 또는 탄소수 6~15의 아릴기이고, R^{11} 는 시클로헥실기, 나프틸기, 아다만틸기(adamantyl group), 니트로페닐기(nitrophenyl group), 또는 메톡시페닐기(methoxy phenyl group)이다.

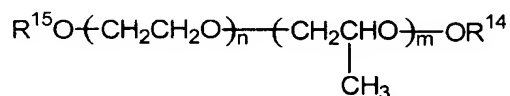
【청구항 11】

제 1항에 있어서, 상기 기공형성물질이 하기 화학식 9 내지 13으로 표시되는 화합물로 이루어진 군에서 선택된 일종 이상의 물질인 것을 특징으로 하는 조성물

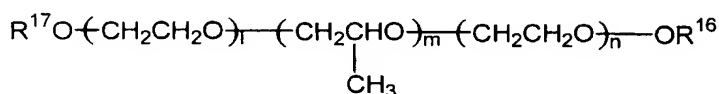
[화학식 9]



[화학식 10]

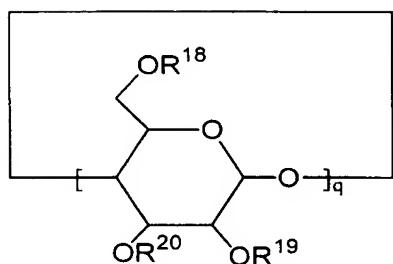


[화학식 11]



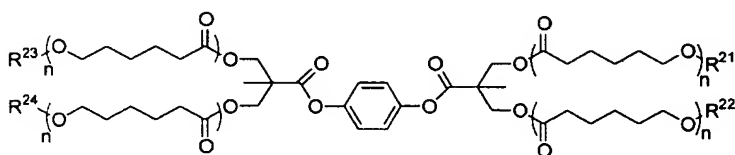
상기 식에서 R^{12} , R^{13} , R^{14} , R^{15} , R^{16} , R^{17} 은 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 2~30의 아실기, 탄소수 1~20의 알킬기, 또는 $Si r^1 r^2 r^3$ 로 표시되는 규소(Si)화합물로서, r^1 , r^2 , r^3 는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 1~6의 알콕시기, 또는 탄소수 6~20의 아릴기이고, l 은 2~200의 정수이며, m 은 20~80의 정수이고, n 은 2~200의 정수이다.

[화학식 12]



상기 식에서, R¹⁸, R¹⁹, R²⁰은 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 2~30의 아실기, 탄소수 1~20의 알킬기, 또는 Si^{r1}r²r³로 표시되는 규소(Si)화합물로서, r¹, r², r³는 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 1~6의 알콕시기, 또는 탄소수 6~20의 아릴기이고, q는 5~8의 정수이다

[화학식 13]



상기 식에서 R²¹, R²², R²³, R²⁴은 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 2~30의 아실기, 탄소수 1~20의 알킬기, 또는 Si^{r1}r²r³로 표시되는 규소(Si)화합물로서, r¹, r², r³는 각각 독립적으로 수소원자, 탄소수 1~6의 알킬기, 탄소수 1~6의 알콕시기, 또는 탄소수 6~20의 아릴기이고, n은 2~200의 정수이다.

【청구항 12】

제 1항에 있어서, 상기 용매가 방향족계 탄화수소; 케톤계 용매; 에테르계 용매; 아세테이트계 용매; 알코올계 용매; 아미드계 용매; 감마부틸로락톤; 실리콘 용매; 또는 이들의 혼합물인 것을 특징으로 하는 조성물.

【청구항 13】

제 1항에 있어서, 상기 용매가 총 조성물(실옥산계 수지 전구체의 중량 + 축합축매 발생제의 중량 + 기공형성물질의 중량 + 용매의 중량) 100 중량부 대비 20내지 99.9 중량부 함량인 것을 특징으로 하는 조성물.

【청구항 14】

하기 단계를 포함하는 다공성 저유전 절연막의 제조 방법:

- (1) 제1항의 조성물을 기판에 코팅하여 박막을 형성하는 단계;
- (2) 상기 박막을 노광한 후 50~150℃에서 저온경화하는 단계; 및
- (3) 기공형성 물질의 분해온도 이상으로 가열하여 경화시키는 단계.

【청구항 15】

하기 단계를 포함하는 다공성 저유전 절연막 패턴의 제조 방법:

- (1) 제1항의 조성물을 기판에 코팅하여 박막을 형성하는 단계;
- (2) 상기 박막을 패턴화된 마스크를 통하여 노광한 다음, 50~150℃에서 저온경화하는 단계;
- (3) 비노광부를 현상액으로 제거하여 네거티브 패턴을 형성하는 단계; 및
- (4) 기공형성 물질의 분해온도 이상으로 가열하여 경화시키는 단계.

【청구항 16】

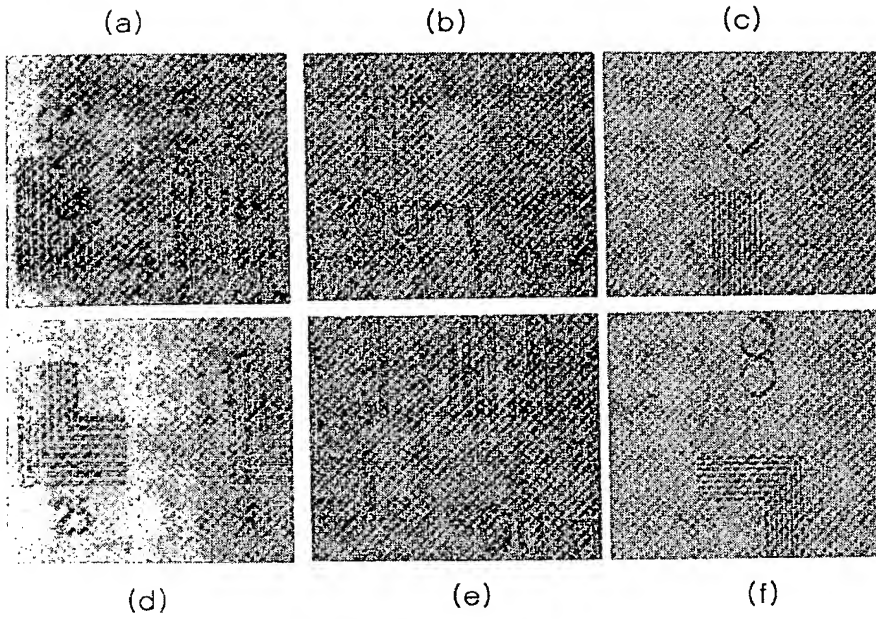
제 14 또는 15항에 있어서, 상기 박막이 스핀코팅, 딥코팅, 분무코팅, 흐름코팅 또는 스크린 인쇄를 통하여 도포하는 것을 특징으로 하는 방법.

【청구항 17】

제 14 또는 15항에 있어서, 노광시, X-선, 전자빔(electron beam), 또는 이온빔(ion beam)을 사용하는 것을 특징으로 하는 방법.

【도면】

【도 1】



【도 2】

